

昭50-20086

## 特 許 公 報

④ 公告 昭和50年(1975)7月11日

庁内整理番号 6526-41

発明の数 1

(全 4 頁)

1

2

⑤ 金属物品とガラス物品を真空気密に封着する方法

⑥ 特 願 昭45-32690

⑦ 出 願 昭45(1970)4月18日

優先権主張 ⑧ 1969年4月21日 ⑨ オランダ国 ⑩ 6906150

⑪ 1969年10月25日 ⑫ オランダ国 6916130

⑬ 発 明 者 ヨハネス・セオドルス・クロンプ  
オランダ国アインドーフエン・エ  
マシングル29⑭ 出 願 人 エヌ・ペー・フィリップス・フル  
ーイランペンフアブリケン  
同所

⑮ 代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

## 図面の簡単な説明

第1図は種々の金属の蒸気圧曲線図、第2図は本発明方法により接合した一例物品の線図的断面図である。

## 発明の詳細な説明

本発明は少なくとも封着する接合表面がそれぞれ金属およびガラスよりなる物品を真空気密に封着する方法に関するものである。

本発明の方法においては、付加的融着物質の中間層を介在させず、また接合する2個の物質の両方を融解または軟化することなく金属とガラスとを直接接合することができる。

金属物品を絶縁物質よりなる物品に真空気密に封着する方法は既に種々知られている。これら従来法においては封着する物品の間に中間層を形成する補助物質をししばしば使用する。また、補助物質を用いることなく接合を達成する方法が知られている。かかる方法では封着する2個の物品のうち少なくとも1個の融着表面をこれが融解または軟化するような温度に加熱し、一方他の物品の融

着表面を湿潤することにより接合をつくる。

前者の方法には、例えば装置のさらされる蒸気に対する中間層の抵抗力が組成物よりも弱いという欠点が頻繁にあらわれる。これは例えば物質をナトリウム灯に使用する場合である。

後者の方法には、融着表面の少なくとも一方を融解または軟化するので変形が起り妨害になる欠点がある。

本発明の目的は上述した従来法の欠点を除去せんとするにある。

本発明者は少なくとも接着表面がそれぞれ金属およびガラスである物品を一緒に押圧し、次いで圧力を維持しつつこれをガラスまたは金属の軟化あるいは融解の生じる温度より低い温度に加熱することにより直接金属とガラスを真空気密に封着し得ることを見出した。

本発明は封着する接着表面が接合をつくるように加熱する温度(この温度を以下「封着温度」と称する)における金属の蒸気圧が本質的に重要であることを認知したことに起因し、金属の蒸気圧は封着温度において $10^{-10}$  mm Hg 以上でなければならない。

このことは就中軟化点における蒸気圧が $10^{-10}$  mm Hg より高くない金属は本発明方法に使用するに適當でないことを意味する。このような金属にはインジウムおよび錫がある。

このことはまた場合に依じて当該金属の蒸気圧が $10^{-10}$  mm Hg より高くなるような封着温度を選択する必要があることを意味する。

本発明の方法は少なくとも接着表面がそれぞれ金属とガラスとからなる物品を真空気密に封着するにあたり、物品の接着表面を一緒に押圧し、少なくとも該接着表面をガラスの軟化点より低くかつ金属の蒸気圧が $10^{-10}$  Hg である温度と金属の融点との間にある封着温度で加熱することを特徴とする。

本発明の方法において加える圧力は狭い範囲に

3

限定されない。この圧力は相互に接続する接着表面について計算して  $5 \text{ Kg/cm}^2 \sim 150 \text{ Kg/cm}^2$  が好ましい。

金属の接着表面に酸化物が存在する場合には少なくとも  $50 \text{ Kg/cm}^2$  の圧力を使用するのが好ましいことを、金属として鉛および亜鉛を用いた実験によつて確かめた。金属を粉末の形態で、またある場合には金属の酸化物よりなる粉末の形態で使用する事ができる。後者の場合には本方法を還元性雰囲気中に行なう。この場合には酸化物を金属に還元した後で実際の接合を達成する。金属酸化物の粉末を使用する場合には還元の際の温度が金属の融点より低い金属酸化物に限定する。この例としては Pt および Fe がある。

ここに「金属物品」と称するは金属粉末の層および上述したような金属酸化物粉末の層を意味するものとする。

使用する封着温度の最高値は常に金属の融点より低く選択し、アルミニウム以外の金属を使用する場合には好ましくは融点 (°C) の 0.9 倍の温度以下に選定する。封着の最低温度は当該金属の蒸気圧が  $10^{-10} \text{ mmHg}$  以上である温度によつて規定する。

種々の金属の蒸気圧曲線を第 1 図に示す。第 1 図において P は  $\text{mmHg}$  で示した蒸気圧を表わし、 $T/T_m$  は蒸気圧を与える温度  $T^\circ\text{C}$  と金属の融点  $T_m^\circ\text{C}$  との比を表わす。第 1 図から鉛 (Pb) は  $T/T_m$  比が 0.9 のところで丁度蒸気圧が  $10^{-10} \text{ mmHg}$  であることがわかる。従つてこれも本発明の方法に使用するに好適である。一方、亜鉛 (Zn) では  $T/T_m = 0.5$  のところで既に蒸気圧は  $10^{-10}$  \*  
 \*

4

$\text{mmHg}$  に達しており、これにより亜鉛 (融点  $419^\circ\text{C}$ ) では最低封着温度は約  $210^\circ\text{C}$  であることがわかる。同様の方法により第 1 図に蒸気圧曲線を示した他の金属の最低封着温度を求めることができる。

ある場合には使用する封着温度を当該ガラスの軟化点によつても決定する。封着温度を本発明の方法を実施する際に使用する圧力の影響下でガラスに変形が生じるような温度より低く選択する。この結果硬質ガラスの場合には軟質ガラスよりも高い封着温度を用いることができる。

本発明の方法により達成した接合の強度を測定するために、第 2 図に示すようにガラス円管 1 および 1' (長さ  $50 \text{ mm}$ 、内径  $6 \text{ mm}$ 、外径  $10 \text{ mm}$ ) を平坦な金属環 2 (厚さ  $0.1 \text{ mm}$ ) で接合した。接合を完成した後、この接合の引張強さを常温で所謂四点屈曲試験によつて測定した。すなわちこの部材を点 3 および 4 で支持しフォーク 5 によつて接合部の両側に破砕が生じるまで圧力をかけた。この結果を表に示す。破砕時の曲げ荷重である引張強さ B を  $\text{Kg/mm}^2$  で示した。

さらに表には使用した物質 (ガラスと金属)、接合部をつくる際に加えた圧力 P ( $\text{Kg/cm}^2$ )、封着処理温度 T ( $^\circ\text{C}$ ) ならびに時間 t (分) を示した。製造した接合を真空気密性につき試験した結果すべて真空気密であつた。

接合は窒素または窒素と水素 (75:25) の混合物の雰囲気中に行なつた。あるいはまたしばしば空気中に行なうことができる。しかし還元性または不活性雰囲気中で操作するのが好ましい。

表

ガラス—金属—ガラス		P ( $\text{Kg/cm}^2$ )	T ( $^\circ\text{C}$ )	t (分)	B ( $\text{Kg/mm}^2$ )
石英	—Pt—石英	5	1280	5	4.0
石英	—Pb—石英	55	295	2	2.5
Py	—Pb—Py	60	295	2	1.8
G 28	—Pb—G 28	130	295	5	2.0
白堊ガラス	—Pb—白堊ガラス	100	295	5	2.0

5			6			
鉛ガラス	-P b -	鉛ガラス	100	295	5	2.2
鉛ガラス	-Z n -	鉛ガラス	50	400	5	1.8
鉛ガラス	-Z n -	鉛ガラス	125	200	5	1.1
石 英	-F e -	石 英	5	1100	2	4.0
石 英	-A l -	石 英	100	620	2	4.0

G28 : アルカリアルミニウム硼珪酸ガラス

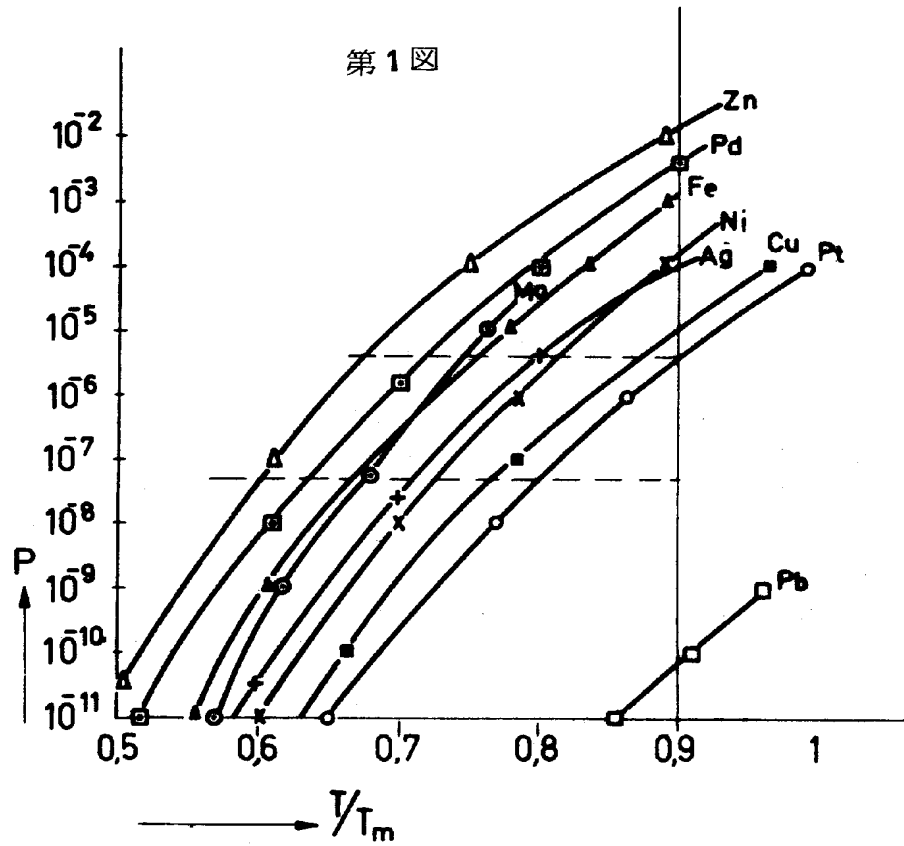
Py : 硼珪酸ガラス

本発明の方法は、例えば電子管に真空気密な接合をつくる場合、例えば電子管に光学繊維板、テレビジョン撮像管および放電灯を被着する場合に使用することができる。

#### ⑤特許請求の範囲

1 少なくとも封着すべき接着表面がそれぞれ金属およびガラスからなる物品を真空気密に封着す

るに当り、物品の接着表面を、相互に接触する接着表面について計算して5~150Kg/cm<sup>2</sup>の圧力を用いて、一緒に押圧し且つ少なくとも接着表面をガラスの軟化点より低くまた金属の融点の0.9倍より低いまたは0.9倍に等しい封着温度で加熱することを特徴とする金属物品とガラス物品を真空気密に封着する方法。



第2図

